

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-139838

(43)Date of publication of application : 13.05.2004

(51)Int.Cl.

H01B 1/22

(21)Application number : 2002-303301

(71)Applicant : NORITAKE CO LTD

(22)Date of filing : 17.10.2002

(72)Inventor : NAGAI ATSUSHI
TOMITA HIDEYUKI
ABE NORIYUKI

(54) CONDUCTIVE PASTE AND ITS USE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a conductive paste capable of forming into a conductor pattern excellent in accuracy of form; and to provide an electronic part manufacturing method using the conductive paste.

SOLUTION: The conductive paste includes a conductive powder (typically an Ag powder) containing a noble metal or an alloy having a noble metal as the main constituent and an organic vehicle, where the following conditions are satisfied: (1) the conductive powder constitutes 80 mass% or more of the conductive paste; (2) the mean diameter of the particle of the conductive powder is less than 0.8 μm ; and (3) the ratio (D50/D0) of the median D50 of the diameter of the particle of the conductive powder to the minimum value D0 detectable as the diameter of the particle is less than 5. Preferably, the ratio (V1rpm/V10rpm) of the viscosity V1rpm at 1 rpm to the viscosity V10rpm at 10 rpm is in a range of 2-5.

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-139838

(P2004-139838A)

(43) 公開日 平成16年5月13日(2004.5.13)

(51) Int. Cl.⁷

H01B 1/22

F1

H01B 1/22

A

テーマコード(参考)

5G301

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2002-303301(P2002-303301)
(22) 出願日 平成14年10月17日(2002.10.17)(71) 出願人 000004293
株式会社ノリタケカンパニーリミテド
愛知県名古屋市西区則武新町3丁目1番3
6号
(74) 代理人 110000110
特許業務法人快友国際特許事務所
(72) 発明者 長井 淳
愛知県名古屋市西区則武新町3丁目1番3
6号 株式会社ノリタケカンパニーリミテ
ド内
(72) 発明者 富田 秀幸
愛知県名古屋市西区則武新町3丁目1番3
6号 株式会社ノリタケカンパニーリミテ
ド内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 導体ペーストおよびその利用

(57) 【要約】

【課題】形状精度のよい導体パターンを形成し得る導体ペーストを提供する。また、かかる導体ペーストを用いた電子部品製造方法を提供する。

【解決手段】本発明の導体ペーストは、貴金属または貴金属を主体とする合金からなる導電性粉末（典型的にはAg粉末）と有機ビヒクルとを含有し、以下の条件：（１）．その導体ペーストに占める導電性粉末の割合が80質量％以上；（２）．その導電性粉末の平均粒子径が0.8μm以下；（３）．その導電性粉末の粒子径の中央値D₅₀と検出可能な粒子径の最小値D₀との比（D₅₀/D₀）が5以下；を満たすことを特徴とする。1rpmにおける粘度V_{1rpm}と10rpmにおける粘度V_{10rpm}との比（V_{1rpm}/V_{10rpm}）が2～5の範囲にあることが好ましい。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

貴金属または貴金属を主体とする合金からなる導電性粉末と、
有機ビヒクルとを含有する導体ペーストであって、
下記の条件：

- (1) . 前記導体ペーストに占める導電性粉末の割合が 80 質量% 以上である；
- (2) . 前記導電性粉末の平均粒子径が $0.8 \mu\text{m}$ 以下である；
- (3) . 前記導電性粉末は、粒子径の中央値 D_{50} と検出可能な粒子径の最小値 D_{min}

との比 (D_{50}/D_{min}) が 1 ～ 5 である；

を満たす導体ペースト。

10

【請求項 2】

ブルックフィールド回転粘度計により、4 番スピンドルを用いて 1 r p m の条件で測定した粘度 $V_{1r.p.m.}$ と 10 r p m の条件で測定した粘度 $V_{10r.p.m.}$ との比 ($V_{1r.p.m.}/V_{10r.p.m.}$) が 2 ～ 5 である請求項 1 に記載の導体ペースト。

【請求項 3】

前記有機ビヒクルを構成する溶剤の沸点が 200°C 以上である請求項 1 または 2 に記載の導体ペースト。

【請求項 4】

膜状導体が形成された基材を含む電子部品を製造する方法であって、
請求項 1 から 3 のいずれか一項に記載の導体ペーストを用意する工程と、
該導体ペーストを前記基材に付着させる工程と、
その付着された導体ペーストを焼成する工程とを包含する電子部品製造方法。

20

【請求項 5】

前記膜状導体は幅 $50 \mu\text{m}$ 以下の線状部分を有する請求項 4 に記載の電子部品製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、セラミック基材等の基材上に膜状導体を形成する用途に用いられる導体ペーストに関し、詳しくは、比較的細かいパターン of 膜状導体を形成する用途にも適する導体ペーストに関する。また、本発明は、かかる導体ペーストを使用して膜状導体を有する電子部品を製造する方法に関する。

30

【0002】

【従来の技術】ハイブリッド IC、マルチチップモジュール等を構築するのに用いられる配線基板その他の電子部品等に所定パターンの膜状導体 (配線、電極等) を形成する材料として導体ペーストが使用されている。この導体ペーストは、導体を形成する主成分たる金属粉末と必要に応じて添加される種々の添加剤 (無機結合剤、ガラスフリット、フィラー等) とを所定の有機媒質 (ビヒクル) に分散させることにより調製される導体形成材料である。かかる導体ペーストは、スクリーン印刷等の一般的な手法によりセラミック基材等に印刷・塗布される。次いで、その塗布物 (塗膜) を適当な温度で焼成する (焼き付ける) ことにより、当該セラミック基材等のセラミック電子部品上に所定パターンの膜状導体 (導体パターン) が形成される。

40

導体ペーストに関する先行技術文献として以下のものが挙げられる。

【0003】

【特許文献 1】

特開 2001-250422 号公報

【特許文献 2】

特開平 10-154629 号公報

【特許文献 3】

特開平 9-310006 号公報

【特許文献 4】

特開平 6-139813 号公報

50

【特許文献 5】

特開平 9-231834 号公報

【特許文献 6】

特開平 6-295614 号公報

【0004】

【発明が解決しようとする課題】このような導体ペーストを用いて形成される導体パターンの形状精度をより向上させることができれば有用である。例えば、より細かい導体パターン（ファインパターン）を効率よく形成することができる。このことによって電子部品の高密度化等を図ることができる。

そこで本発明は、形状精度のよい導体パターンを形成し得る導体ペーストを提供することを目的とする。本発明の他の目的は、かかる導体ペーストを用いた電子部品製造方法を提供することである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者は、導体ペーストに含まれる導電性粉末の性状および導体ペーストの組成を検討することにより、上記課題を解決し得ることを見出した。

【0006】

本発明は、貴金属または貴金属を主体とする合金からなる導電性粉末と、有機ビヒクルとを含有する導体ペーストに関する。その導体ペーストに占める導電性粉末の割合（メタルコンテンツ）は 80 質量%以上である。また、その導電性粉末を構成する粒子（導体粒子）の平均粒子径は $0.8 \mu\text{m}$ 以下（典型的には $0.1 \sim 0.8 \mu\text{m}$ ）である。また、その導電性粉末を構成する導体粒子は、その粒子径の中央値 D_{50} と、検出可能な粒子径の最小値 D_{min} との比（ D_{50}/D_{min} ）が $1 \sim 5$ の範囲にある。

かかる構成の導体ペーストによれば、形状精度に優れた導体パターンを形成することができる。例えば、導体パターンの表面の凹凸（うねり等）を低減する、導体パターンの外縁の意図しない凹凸（うねり等）を低減する、離隔して形成されるべき導体パターンの間に意図しない短絡（パターンの潰れ等）が生じることを抑制する、連続すべき導体パターンが途切れることを抑制する、のうち少なくとも一つを実現することができる。このことによって、目標とする形状に近い（形状精度のよい）導体パターンを形成する性能が向上する。

【0007】

本発明の導体ペーストの好ましい態様では、ブルックフィールド社製の回転粘度計（ブルックフィールド回転粘度計）により、4 番スピンドルを用いて 1 rpm の条件で測定した粘度 $V_{1 \text{ rpm}}$ と 10 rpm の条件で測定した粘度 $V_{10 \text{ rpm}}$ との比（ $V_{1 \text{ rpm}}/V_{10 \text{ rpm}}$ ）が $2 \sim 5$ である。

このような粘度特性を有する導体ペーストは、塗布された導体ペースト（塗布物）の形状維持性が良好である。例えば、所定のパターンに塗布された導体ペーストが垂れにくい。これにより、塗布物を焼成するまでの間に塗布されたパターンの形状が滲みにくいので、さらに形状精度のよい導体パターンを形成し得る。この導体ペーストはスクリーン印刷に対する適性が良好である。例えばスクリーンからのペーストの抜けがよい。したがって、特にスクリーン印刷法を適用して導体パターンを形成する用途に適している。

【0008】

このような導体ペーストの他の好ましい態様では、有機ビヒクルを構成する溶剤の沸点が 200°C 以上である。

かかる組成の導体ペーストは、沸点の高い溶剤を含むことから、例えばスクリーン印刷法により導体ペーストを基材に付着させる場合に、スクリーンの目詰まりを起こしにくい。これにより、このスクリーン印刷を繰り返して実施する場合にも形状精度のよい導体パターンを作製することができる。

【0009】

本発明によると、膜状導体（導体パターン）が形成された基材を含む電子部品の製造方法が提供される。その製造方法は、上述した本発明のいずれかの導体ペーストを用意する工

程を含む。また、その導体ペーストを基材に付着させる工程を含む。また、その付着された導体ペーストを焼成する工程を含む。
かかる方法によると、形状精度に優れた導体パターンを備える電子部品を効率よく製造することができる。

【0010】

この方法は、幅 $50\mu\text{m}$ 以下の線状部分を有する膜状導体（導体パターン）を備えた電子部品を製造するにあたって好ましく採用される。

このように細線状の部分（ファインライン）を含む導体パターンの形成においては、本発明の導体ペーストの利点（典型的には、形状精度に優れた導体パターンを形成する性能に優れるという利点）がよく発揮されるからである。

10

【0011】

【発明の実施の形態】以下、本発明の好適な実施形態を説明する。なお、本明細書において特に言及している内容以外の技術的事項であって本発明の実施に必要な事項は、従来技術に基づく当業者の設計事項として把握され得る。本発明は、本明細書に開示されている技術内容と当該分野における技術常識とに基づいて実施することができる。

【0012】

本発明の導体ペーストを構成する「導電性粉末」としては、銀（Ag）、白金（Pt）、パラジウム（Pd）、金（Au）等の貴金属の単体およびこれらの合金（Ag-Pd合金、Pt-Pd合金等）、ならびに上記貴金属と他の金属との合金等からなるものが挙げられる。これらのうち一種または二種以上を用いることができる。本発明にとり好ましい導電性粉末としては、銀、銀主体の合金、白金または白金主体の合金からなるものが例示される。コスト安や電氣的抵抗の低さ等の観点から、銀または銀主体の合金（Ag-Pd合金等）からなる導電性粉末が特に好ましく用いられる。

20

【0013】

この導電性粉末としては、平均粒子径が $0.8\mu\text{m}$ 以下（典型的には $0.1\sim0.8\mu\text{m}$ ）のものが適当であり、平均粒子径が $0.5\mu\text{m}$ 以下（典型的には $0.2\sim0.5\mu\text{m}$ ）のものが好ましく用いられる。また、粒子径が $5\mu\text{m}$ 以上（より好ましくは $2\mu\text{m}$ 以上）の粒子を実質的に含まないような導電性粉末が好ましく用いられる。この導電性粉末を構成する粒子の形状は特に限定されず、球状、鱗片状、円錐状、棒状のもの等を使用し得る。充填性がよく緻密な導体膜を形成しやすい等の理由から、球状の粒子を用いることが好ましい。

30

【0014】

また、この導電性粉末としては粒度分布のシャープなものが好ましい。粒度分布のシャープさ（狭さ）の程度は、例えば、粒子径の中央値 D_{50} と、検出可能な粒子径の最小値 D_{min} との比（ D_{50}/D_{min} ）によって表すことができる。ここで、「検出可能な粒子径の最小値 D_{min} 」としては、例えば、レーザ回折法を利用した粒度分布測定装置（株式会社堀場製作所製のレーザ回折／散乱式粒度分布測定装置、機種名「LA-920」等）により測定して得られた粒度分布グラフにおいて、粒子が検出された粒子径（頻度が0を超える粒子径）のうち最小の粒子径を表す値を用いることができる（図1参照）。また、粒子径の中央値 D_{50} としては、上述のような粒度分布測定装置により測定されたメジアン径の値（平均粒子径の値）を用いることができる。一般に、粒度分布がシャープな粉末ほど、この粒径比（ D_{50}/D_{min} ）の値が小さくなる。

40

【0015】

本発明にとり好ましい導電性粉末は、上記粒径比（ D_{50}/D_{min} ）が $1\sim5$ （典型的には $1.2\leq(D_{50}/D_{min})\leq5$ ）となる粒度分布を有するものである。より好ましい導電性粉末は、上記粒径比（ D_{50}/D_{min} ）が $1\sim4$ （典型的には $1.2\leq(D_{50}/D_{min})\leq4$ ）となる粒度分布を有するものである。さらに好ましい導電性粉末は、上記粒径比（ D_{50}/D_{min} ）が $1\sim3$ （典型的には $1.5\leq(D_{50}/D_{min})\leq3$ ）となる粒度分布を有するものである。かかる平均粒子径および粒度分布を有する導電性粉末を用いた導体ペーストは、導電性粉末の充填性がよく、緻密な導体膜を形成し

50

得る。このことは、細かい導体パターンを形状精度よく形成するにあたって有利である。本発明の導体ペーストに好適な導電性粉末の典型例を以下に示す。

(1) D_{50} が約 $0.2\mu\text{m}$ であり、 D_{min} が約 $0.04\sim 0.16\mu\text{m}$ （好ましくは約 $0.06\sim 0.13\mu\text{m}$ ）である導電性粉末。

(2) D_{50} が約 $0.3\mu\text{m}$ であり、 D_{min} が約 $0.06\sim 0.25\mu\text{m}$ （好ましくは約 $0.1\sim 0.2\mu\text{m}$ ）である導電性粉末。

(3) D_{50} が約 $0.4\mu\text{m}$ であり、 D_{min} が約 $0.08\sim 0.33\mu\text{m}$ （好ましくは約 $0.13\sim 0.27\mu\text{m}$ ）である導電性粉末。

(4) D_{50} が約 $0.5\mu\text{m}$ であり、 D_{min} が約 $0.1\sim 0.4\mu\text{m}$ （好ましくは約 $0.16\sim 0.33\mu\text{m}$ ）である導電性粉末。

(5) D_{50} が約 $0.6\mu\text{m}$ であり、 D_{min} が約 $0.12\sim 0.5\mu\text{m}$ （好ましくは約 $0.2\sim 0.4\mu\text{m}$ ）である導電性粉末。

(6) D_{50} が約 $0.7\mu\text{m}$ であり、 D_{min} が約 $0.14\sim 0.6\mu\text{m}$ （好ましくは約 $0.23\sim 0.47\mu\text{m}$ ）である導電性粉末。

【0016】

このような平均粒子径および粒度分布を有する導電性粉末を製造する方法は特に限定されない。例えば、周知の湿式還元法、気相反応法、ガス還元法等によって製造された導電性粉末（典型的にはAg粉末）ものを、必要に応じて分級して用いることができる。かかる分級は、例えば、遠心分離法を利用した分級機器等を用いて実施することができる。

【0017】

上記導電性粉末を分散させる「有機ビヒクル」としては、従来の導体ペーストに用いられているもの等を特に制限なく使用することができる。例えば、エチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース等のセルロース系高分子、ポリブチルメタクリレート、ポリメチルメタクリレート、ポリエチルメタクリレート等のアクリル系樹脂、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、アルキド樹脂、ポリビニルアルコール、ポリビニルブチラール等をベースとする有機バインダ；ブチルセロソルブアセテート、ブチルカルビトールアセテート等のエステル系溶剤、ブチルカルビトール等のエーテル系溶剤、エチレングリコールおよびジエチレングリコール誘導体、トルエン、キシレン、ミネラルスピリット、ターピネオール、メントール等の有機溶媒等を用いることができる。

有機ビヒクルを構成する溶媒として好ましいものは、沸点が凡そ 200°C 以上（典型的にはほぼ $200\sim 260^{\circ}\text{C}$ ）の有機溶媒である。沸点が凡そ 230°C 以上（典型的にはほぼ $230\sim 260^{\circ}\text{C}$ ）の有機溶媒がより好ましく用いられる。このような有機溶媒として特に好ましいものは、ブチルカルビトール、ブチルカルビトールアセテートおよび2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタンジオールモノイソブチレート等である。

【0018】

導体ペースト全体に占める導電性粉末の含有割合は、凡そ80質量%以下（典型的にはほぼ80～98質量%）とすることが適当であり、ほぼ80～95質量%の範囲とすることが好ましく、ほぼ85～95質量%の範囲とすることがさらに好ましい。導電性粉末の含有割合を高くすることは、形状精度がよく緻密な導体パターンを形成するという観点から好ましい。一方、この含有割合が高すぎると、導体ペーストの取扱性や印刷適性等が低下することがある。

また、前記有機ビヒクルの含有割合は、ペースト全体のほぼ1～20質量%となる量が適当であり、ほぼ5～20質量%となる量が好ましく、ほぼ5～15質量%となる量がさらに好ましい。

有機ビヒクルを構成する有機バインダは、導電性粉末100質量部に対して凡そ10質量部以下（典型的にはほぼ0.1～10質量部）の割合で含有されることが好ましく、より好ましくは凡そ5質量部以下（典型的にはほぼ0.2～5質量部）、さらに好ましくは凡そ3質量部以下（典型的にはほぼ0.5～3質量部）である。

なお、各成分の含有率に係る上記数値範囲は厳密に解釈すべきでなく、本発明の目的を達成し得る限りかかる範囲からの若干の逸脱を許容するものである。

【0019】

この導体ペーストは、ブルックフィールド回転粘度計により、4番スピンドルを用いて回転数1rpmの条件で測定した粘度 V_{1rpm} と回転数10rpmの条件で測定した粘度 V_{10rpm} との粘度比(V_{1rpm}/V_{10rpm})が凡そ2~5となる粘度特性を有することが好ましい。上記粘度比が凡そ3~4の範囲にある導体ペーストがより好ましい。

上記回転数1rpmにおける粘度 V_{1rpm} が同等である場合、上記回転数10rpmにおける粘度 V_{10rpm} が低くなるにつれて上記粘度比(V_{1rpm}/V_{10rpm})の値は大きくなる。この回転数10rpm(ずり速度が回転数1rpmの場合よりも速い場合)における粘度 V_{10rpm} が低くなるということは、導体ペーストをスクリーン印刷する際に、スクリーン(メッシュ)からの導体ペーストの「抜け」が良くなるという観点等から好ましい。このことによって、基材上に導体パターンを印刷する際の形状精度(印刷精度)をより高めることができる。

10

また、上記回転数10rpmにおける粘度 V_{10rpm} が同等である場合、上記回転数1rpmにおける粘度 V_{1rpm} が高くなるにつれて上記粘度比(V_{1rpm}/V_{10rpm})の値は大きくなる。この回転数1rpm(ずり速度が遅い場合)における粘度 V_{1rpm} が高くなるということは、基材に印刷された導体ペーストが流れ広がりにくい(ペーストの垂れが少ない)という観点等から好ましい。このことによって、印刷された導体ペーストの形状の滲みが抑制されるので形状精度の高い導体パターンを形成し得る。

なお、上記粘度比(V_{1rpm}/V_{10rpm})の値が大きすぎると、導体ペーストのレベリング性が低下傾向となることがある。

20

【0020】

この導体ペーストの好ましい粘度範囲は、ブルックフィールド回転粘度計により4番スピンドルを用いた回転数1rpmの条件での測定において、凡そ200Pa・s以上(典型的には凡そ200~700Pa・s)である。また、回転数10rpmにおける好ましい粘度範囲は凡そ100~300Pa・s(より好ましくは凡そ150~250Pa・s)である。導体ペーストの粘度が高すぎると取扱性や印刷適性が低下しがちとなる。一方、導体ペーストの粘度が低すぎると、塗布されたペーストが垂れやすくなることから、得られる導体パターンの形状精度が低下しやすくなる。

なお、本明細書中において言及する導体ペーストの粘度は常温において測定された粘度の値を示している。ここで「常温」とは15~35℃の温度範囲をいい、典型的には20~30℃の温度範囲(例えば25℃)をいう。

30

【0021】

かかる粘度および/または粘度比は、例えば、導体ペーストに含まれる導電性粉末の割合(メタルコンテンツ)、その導電性粉末の平均粒子径、導電性粉末の粒度分布等により調整することができる。また、有機ビヒクルを構成する溶剤の種類、有機バインダの種類およびこれらの割合等によっても調整することができる。また、粘度調整剤(可塑剤、増粘剤等)を用いて導体ペーストの粘度および/または粘度比を調整することもできる。かかる粘度調整剤としては、例えばジオクチルフタレート(DOP)、ジオクチルアジペート(DOA)、ジブチルフタレート(DBP)等の、導体ペーストの分野において周知の可塑剤を用いることができる。このような粘度調整剤は、導電性粉末100質量部に対して凡そ5質量部以下(典型的にはほぼ0.01~5質量部)の割合で導体ペーストに含有させることが好ましく、より好ましくは凡そ3質量部以下(典型的にはほぼ0.05~3質量部)、さらに好ましくは凡そ2質量部以下(典型的にはほぼ0.1~2質量部)である。

40

【0022】

その他、本発明の導体ペーストには、本発明のいずれかの目的を達成しうる限りにおいて、種々の無機添加剤および/または有機添加剤を含ませることができる。この無機添加剤の例としては、ガラス質その他のセラミック粉末、その他種々のフィラー等が挙げられる。また、有機添加剤の例としては、セラミック基材との密着性向上を目的としたシリコン

50

系、チタネート系及びアルミニウム系等の各種カップリング剤等が挙げられる。さらに、本発明の導体ペーストに光硬化性（感光性）を付与したい場合には、種々の光重合性化合物及び光重合開始剤を適宜添加してもよい。

なお、上記の他にも本発明の導体ペーストには、必要に応じて界面活性剤、消泡剤、酸化防止剤、分散剤、重合禁止剤等の添加剤を適宜含ませることができる。これらの添加剤は、従来の導体ペーストの調製に用いられ得るものであればよく、詳細な説明は省略する。

【0023】

本発明の導体ペーストは、従来の導体ペーストと同様、典型的には上記導電性粉末と上記有機ビヒクルを混和することによって容易に調製することができる。このとき、必要に応じて上述したような添加剤（粘度調整剤等）を添加・混合するとよい。例えば、三本ロー
10
ルミルその他の混練機を用いて、上記導電性粉末および各種添加剤を有機ビヒクルとともに所定の配合比で直接混合し、相互に練り合わせることで、本発明の導体ペーストが調製され得る。

【0024】

次に、本発明の導体ペーストを用いた膜状導体（導体パターン）形成に係る好適例について説明する。本発明の導体ペーストは、セラミック製の基材（ガラス基板や焼成アルミナ基板、焼成ジルコニア基板等）その他の基材上に配線、電極等の膜状導体を形成するのに従来用いられてきた導体ペーストと同様に取り扱うことができ、従来公知の方法を特に制限なく採用することができる。典型的には、スクリーン印刷法やディスペンサー塗布法等（特に好ましくはスクリーン印刷法）によって、所望する形状・厚みとなるようにして導
20
体ペーストを基材（典型的には、ガラス基板）に塗りつける（付着させる）。次いで、好ましくは乾燥後、加熱器中で適当な加熱条件（ガラス基板または焼成セラミック基板を用いた場合、最高焼成温度が概ね500～1000℃、好ましくは600～900℃）で所定時間加熱することによって、その塗りつけられたペースト成分を焼成（焼き付け）・硬化させる。この一連の処理を行うことによって、目的の膜状導体（配線、電極等）が形成されたセラミック電子部品（例えばハイブリッドICやマルチチップモジュールの構築用セラミック配線基板）が得られる。さらに、当該セラミック電子部品を組み立て材料として用いつつ従来公知の構築方法を適用することによってさらに高度なセラミック電子部品（例えばハイブリッドICやマルチチップモジュール）を得ることができる。なお、かかる構築方法自体は、特に本発明を特徴付けるものではないため、詳細な説明は省略する。
30

【0025】

本発明の導体ペーストは、形状精度に優れた導体パターンを形成する性能に優れる。このため、例えば、複数の線状導体膜がほぼ平行に形成された部分を有し、それらの線状導体膜の幅（ライン幅）が凡そ70μm以下（典型的には約10～70μm）であり、それらの線状導体膜の間隔（ライン間隔）が凡そ70μm以下である（典型的には約10～70μm）である導体パターンを形成する用途に適している。また、ライン幅が凡そ20～50μm（より好ましくは約30～50μm）であり、ライン間隔が凡そ20～50μm（より好ましくは約30～50μm）である導体パターンを形成する用途にも適している。さらに、本発明の導体ペーストは、かかる導体パターンを備えた電子部品を製造する用途に好適である。
40

【0026】

【実施例】以下、本発明に関するいくつかの実施例を説明するが、本発明にかかる実施例に示すものに限定することを意図したものではない。

【0027】

<実験例1>

本実験例は、導体ペーストを構成するAg粉末の性状が、その導体ペーストの性能（形状精度のよい導体パターンを形成する性能；例えば後述するファインライン形成適性）に及ぼす影響について検討した例である。

まず、導電性粉末として下記四種類のAg粉末を用意した。これらのAg粉末はいずれも、一般的な湿式還元法により作製されたものを遠心分離機で分級することによって得るこ
50

とができる。これらのA g 粉末の形状は略球状である。各A g 粉末の平均粒子径および粒径比 (D_{50}/D_{min}) の値は、株式会社堀場製作所製のレーザ回折/散乱式粒度分布測定装置、機種名「LA-920」を用いて測定した。A g 粉末1の粒度分布測定結果(体積基準)を図1に示す。このA g 粉末1の D_{50} は約 $0.3\mu m$ であり、 D_{min} は約 $0.1\mu m$ である。

〔使用した導電性粉末〕

A g 粉末1：平均粒子径が約 $0.3\mu m$ 、 D_{50}/D_{min} が約3である粉末。

A g 粉末2：平均粒子径が約 $0.7\mu m$ 、 D_{50}/D_{min} が約3.5である粉末。

A g 粉末3：平均粒子径が約 $1.0\mu m$ 、 D_{50}/D_{min} が約4.5である粉末。

A g 粉末4：平均粒子径が約 $1.5\mu m$ 、 D_{50}/D_{min} が約5.5である粉末。

10

【0028】

各A g 粉末と有機ビヒクルとを、A g 粉末の含有割合(メタルコンテンツ)が約90質量%となるように三本ロールミルにて混練することにより、試料1~4の導体ペーストを調製した。有機ビヒクルとしては、エチルセルロースをブチルカルビトールに溶解させたものを用いた。これらの導体ペーストは、A g 粉末100質量部に対してエチルセルロース約2質量部を含有する。

このようにして得られた導体ペーストの粘度は、10rpmの測定条件で、凡そ150~250Pa・sの範囲にあった。これらの導体ペーストの粘度比(V_{1rpm}/V_{10rpm})は試料1については約4であり、試料2では約3であった。また、試料3の導体ペーストの粘度比(V_{1rpm}/V_{10rpm})は約2.5であり、試料4では約2.2であった。これらの粘度および粘度比は、ブルックフィールド社製の回転式粘度計(機種名「HBT型 DV III+」)により、4番スピンドル(スピンドル4-14)を用いて25℃で測定したものである。

20

【0029】

これらの導体ペーストを、一般的なスクリーン印刷法によってガラス基材上に所定のパターンで塗布(印刷)した。このスクリーン印刷には#400メッシュのスクリーンを使用した。次いで、遠赤外線乾燥機を用いて、塗布された導体ペーストに100℃で15分間の乾燥処理を施した。その後、電気炉中において800℃で1時間の焼成処理を行った。このようにして基板上に導体パターンを形成した。

上記スクリーン印刷は、焼成後に長さ約15~20mm(目標値)の複数の平行線(線状導体膜)から構成された導体パターンが形成され、それらの線状導体膜のライン幅/ライン間隔(L/S)の目標値が $30\mu m/30\mu m$ となり、目標厚さが約 $20\mu m$ となるように行った。各導体ペーストはそれぞれ5枚の基材に対して連続で(繰り返して)印刷し、その5枚目に印刷された導体ペーストを乾燥・焼成して導体パターンを作製した。

30

【0030】

また、各導体ペーストにつき、ライン幅/ライン間隔(L/S)の目標値を変更した以外は上記と同様にして、L/Sの目標値が $40\mu m/40\mu m$ である導体パターンおよびL/Sの目標値が $50\mu m/50\mu m$ である導体パターンを基板上に作製した。

さらに、市販の導体ペーストを用いて上記と同様にスクリーン印刷および焼成を行うことにより、上述した三種類の導体パターンを基板上に作製した。この導体ペースト(以下、「市販品1」ともいう。)は、A g 粉末を約85質量%の割合で含有する。そのA g 粉末の平均粒子径は約 $1.6\mu m$ であり、粒径比 D_{50}/D_{min} は約6.3(D_{50} =約 $1.6\mu m$ 、 D_{min} =約 $0.26\mu m$)である。市販品1に含まれるA g 粉末の粒度分布測定結果(体積基準)を図2に示す。

40

なお、この市販品1の導体ペーストの粘度と上記と同様に測定したところ、10rpmにおける粘度は約200Pa・sであった。また、その粘度比(V_{1rpm}/V_{10rpm})は約2であった。この市販品1の導体ペーストに含まれる有機溶剤は主としてターピネオール(沸点約225℃)であった。

【0031】

得られた導体パターンの各線状導体膜につき、テストを用いてその断線の有無を検査した

50

。これにより、試料 1 ～ 4 および市販品 1 の導体ペーストから形成された導体パターンの断線率 (%) を求めた。この断線率を指標として各導体ペーストのファインライン形成適性を評価した。すなわち、断線率が低いほどファインライン形成適性に優れるといえる。断線率の評価結果を、各導体ペースト (試料) を構成する Ag 粒子の性状とともに表 1 に示す。

【 0 0 3 2 】

【 表 1 】

表 1

導体ペースト		試料1	試料2	試料3	試料4	市販品1
Ag粉末	種類	Ag粉末1	Ag粉末2	Ag粉末3	Ag粉末4	—
	平均粒子径 (μm)	0.3	0.7	1.0	1.2	1.6
	D50/Dmin	3	3.5	4.5	5.5	6.3
断線率 (%)	L/S=30/30 μm	15	30	75	100	100
	L/S=40/40 μm	0	0	44	75	100
	L/S=50/50 μm	0	0	28	63	100

10

【 0 0 3 3 】

表 1 から判るように、試料 1 または試料 2 の導体ペーストから形成された導体パターンは、市販品 1、試料 3 または試料 4 の導体ペーストから形成されたものに比べて明らかに断線率が低かった。すなわち、試料 1 および試料 2 の導体ペーストはファインライン形成適性が良好であった。

20

このように、本発明の一態様に係る導体ペーストによれば、スクリーン印刷法によって 5 枚目に印刷された導体ペーストを焼成して形成された導体パターンにつき、その導体パターンの L/S (目標値) が $40\mu\text{m}/40\mu\text{m}$ の場合、5% 以下 (より好ましくは 1% 以下) の断線率を実現可能である。また、L/S (目標値) が $30\mu\text{m}/30\mu\text{m}$ の場合にも、50% 以下 (より好ましくは 25% 以下) の断線率を実現可能である。

【 0 0 3 4 】

< 実験例 2 >

本実験例は、導体ペーストに含まれる Ag 粉末の割合 (メタルコンテンツ) がファインライン形成適性に及ぼす影響について検討した例である。

30

上記 Ag 粉末 1 と有機ビヒクルとを、Ag 粉末の含有割合 (メタルコンテンツ) がそれぞれ約 80 質量% (試料 5)、約 85 質量% (試料 6)、約 90 質量% (試料 7) となるように混練することにより、試料 5 ～ 7 の導体ペーストを調製した。有機ビヒクルとしては、ブチルカルビトール、2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタンジオールモノイソブチレート (沸点約 248°C)、またはこれらの混合溶媒に、有機バインダとしてのエチルセルロースを溶解させたものを用いた。これらの導体ペーストは、Ag 粉末 100 質量部に対してエチルセルロース約 2 質量部を含有する。また、有機ビヒクルを構成する溶媒の組成によって、得られる導体ペーストの粘度がほぼ同程度 (ここでは約 $250\text{Pa}\cdot\text{s}$) となるように調整した。

【 0 0 3 5 】

40

これら試料 5 ～ 7 の導体ペーストを用い、実験例 1 と同様にして、L/S の目標値が $30\mu\text{m}/30\mu\text{m}$ である導体パターンを基材上に作製した。その導体パターンを光学顕微鏡で観察することにより形状精度を評価した。この評価は、実験例 1 と同様に、5 枚目に印刷された導体ペーストを焼成して得られた導体パターンについて行った。導体パターンの観察は、主として (1)、ラインの表面および/または外縁の意図しない凹凸 (うねり) の有無およびその程度、(2)、ライン上の突起の有無およびその程度、(3)、ラインの滲み (ライン潰れ) の有無およびその程度、(4)、ラインの断線の有無およびその程度の観点から行った。これらの観察結果から総合的に導体パターンの形状精度の高さ (ファインライン形成適性) を判断した。その結果を表 2 に示す。表 2 中、「◎」は形状精度が極めて良好であることを、「○」は形状精度が良好であることを、「△」は形状精度が

50

やや良好であることを示している。

【 0 0 3 6 】

【表 2】

表 2

導体ペースト	試料5	試料6	試料7
Ag粉含有率(質量%)	80	85	90
ライン品質(L/S=30/30 μ m)	Δ	\bigcirc	\odot

10

【 0 0 3 7 】

表 2 から判るように、A g 粉末の含有割合が 8 5 質量%以上（8 5 ～ 9 0 質量%）の範囲で良好な結果が得られ、A g 粉末の含有割合が 9 0 質量% の場合には特に良好な結果が得られた。

なお、試料 5 の導体ペーストを用いて L / S の目標値が 4 0 μ m / 4 0 μ m の導体パターンを形成し、上記と同様に形状精度を評価したところ、良好な評価結果（評価結果「 \bigcirc 」）が得られた。

【 0 0 3 8 】

< 実験例 3 >

本実験例は、スクリーン印刷法により繰り返して導体ペーストを印刷し、このとき形成される導体パターンの形状精度の推移を検討したものである。

上記 A g 粉末 1 と有機ビヒクルとを、A g 粉末の含有割合（メタルコンテンツ）がそれぞれ約 8 5 質量% となるように混練して試料 8 の導体ペーストを調製した。有機ビヒクルとしては、ブチルカルビトールにエチルセルロースを溶解させたものを用いた。この導体ペーストは、A g 粉末 1 0 0 質量部に対してエチルセルロース約 2 質量部を含有する。

【 0 0 3 9 】

この試料 8 の導体ペーストおよび市販品 1 の導体ペースト（有機溶剤の主成分：ブチルカルビトール）を用い、実験例 1 と同様にして、ガラス基板上に L / S の目標値が 3 0 μ m / 3 0 μ m である導体パターンを繰り返して印刷した。基材への印刷回数がそれぞれ 1 0 回目（すなわち、1 0 枚目に印刷された基板）、2 5 回目、5 0 回目、7 5 回目および 1 0 0 回目に該当する導体ペーストを焼成して導体パターンを作製した。得られた導体パターンの形状精度を実験例 2 と同様にして評価した。その結果を表 3 に示す。表 3 中、「 \odot 」は形状精度が極めて良好であることを、「 \bigcirc 」は形状精度が良好であることを、「 \times 」は形状精度が不良であることを示している。

【 0 0 4 0 】

【表 3】

表 3

		印刷回数(回)				
		10	25	50	75	100
試料8	L/S=30/30 μ m	\odot	\odot	\odot	\bigcirc	\bigcirc
	L/S=40/40 μ m	\odot	\odot	\odot	\odot	\bigcirc
	L/S=50/50 μ m	\odot	\odot	\odot	\odot	\odot
市販品1	L/S=30/30 μ m	\times	\times	\times	\times	\times
	L/S=40/40 μ m	\times	\times	\times	\times	\times
	L/S=50/50 μ m	\odot	\times	\times	\times	\times

40

【 0 0 4 1 】

表 3 から判るように、試料 8 の導体ペーストによると、スクリーン印刷法により連続して繰り返し印刷を行った場合にも形状精度の良い導体パターンを形成することができた。このことは、試料 8 の導体ペーストがスクリーンの目詰まりを起こしにくいことと関連して

50

いる。

【 0 0 4 2 】

< 実験例 4 >

本実験例は、有機バインダの使用量がファインライン形成適性に及ぼす影響について検討した例である。

A g 粉末 1 を使用し、その A g 粉末 1 0 0 質量部に対するエチルセルロースの含有割合をそれぞれ約 1 . 5 質量部 (試料 9) および約 3 質量部 (試料 1 0) とした点以外は実験例 3 と同様にして試料 9 , 1 0 の導体ペーストを調製した。

これらの導体ペーストおよび試料 8 の導体ペーストにつき、実験例 2 と同様に、5 枚目に印刷された導体ペーストを焼成して形成された導体パターン (目標 $L / S = 3 0 \mu m / 3 0 \mu m$) の形状精度を評価した。その結果を表 4 に示す。表 4 中、「◎」は形状精度が極めて良好であることを示し、「○」は形状精度が良好であることを示す。 10

【 0 0 4 3 】

【 表 4 】

表 4

	試料9	試料8	試料10
樹脂量(対Ag粉末100質量部)	1.5質量部	2質量部	3質量部
ライン品質(L/S=30/30 μ m)	◎	◎	○

【 0 0 4 4 】

表 4 に示すように、有機バインダ (ここではエチルセルロース) の含有割合が A g 粉末に対して 3 質量部以下 (1 . 5 ~ 3 質量部) の範囲にある導体ペーストは、いずれも形状精度の良い導体パターンを形成することができた。有機バインダの含有割合が 2 質量部以下 (1 . 5 ~ 2 質量部) である試料 8 および試料 9 では特に良好な結果が得られた。

【 0 0 4 5 】

< 実験例 5 >

本実験例は、可塑剤の使用量がファインライン形成適性に及ぼす影響について検討した例である。 30

A g 粉末 1 を使用し、その A g 粉末 1 0 0 質量部に対して、可塑剤としてのジオクチルフタレート (D O P) を、それぞれ約 0 . 5 質量部 (試料 1 1) 、約 1 質量部 (試料 1 2) および約 2 質量部 (試料 1 3) の割合となるように混合した。その他の点については実験例 3 と同様にして試料 1 1 ~ 1 3 の導体ペーストを調製した。

これらの導体ペーストにつき、実験例 2 と同様に、5 枚目に印刷された導体ペーストを焼成して形成された導体パターン (目標 $L / S = 3 0 \mu m / 3 0 \mu m$) の形状精度を評価した。その結果を表 5 に示す。表 5 中、「◎」は形状精度が極めて良好であることを示し、「○」は形状精度が良好であることを示す。

【 0 0 4 6 】

【 表 5 】

表 5

導体ペースト	試料11	試料12	試料13
可塑剤量(対Ag粉末100質量部)	0.5質量部	1質量部	2質量部
ライン品質(L/S=30/30 μ m)	◎	◎	○

【 0 0 4 7 】

表 5 に示すように、可塑剤 (ここでは D O P) の含有割合が A g 粉末に対して 2 質量部以下 (0 . 5 ~ 2 質量部) の範囲にある導体ペーストは、いずれも形状精度の良い導体パターンを形成することができた。可塑剤の含有割合が 1 質量部以下 (0 . 5 ~ 1 質量部) で 50

ある試料 1 1 および試料 1 2 では特に良好な結果が得られた。

【 0 0 4 8 】

< 実験例 6 >

本実験例は、有機バインダを構成する溶剤の種類がファインライン形成適性に及ぼす影響について検討した例である。

Ag 粉末 1 と、各種の有機溶媒にエチルセルロースを溶解させた有機ビヒクルとを、Ag 粉末の含有割合（メタルコンテンツ）がそれぞれ約 8 5 質量%となるように混練して導体ペーストを調製した。これらの導体ペーストは、Ag 粉末 1 0 0 質量部に対してエチルセルロース約 2 質量部を含有する。ここで、有機溶媒としては、ブチルカルビトール（沸点約 2 3 0 ℃、試料 8 の組成に相当する）、2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタンジオールモノイソブチレート（沸点約 2 4 8 ℃、試料 1 4）、ブチルカルビトールアセテート（沸点約 2 4 5 ℃、試料 1 5）、ターピネオール（沸点約 2 2 5 ℃、試料 1 6）およびメンタノール（沸点約 2 1 6 ℃、試料 1 6）を用いた。また、Ag 粉末 1 に代えて Ag 粉末 2 を使用した点以外は上記と同様にして試料 1 8 ~ 2 2 の導体ペーストを調製した。

【 0 0 4 9 】

これらの導体ペーストを用い、実験例 1 と同様にして、L / S の目標値が 5 0 μ m / 5 0 μ m ~ 7 0 μ m / 7 0 μ m である導体パターンを作製した。そして、実験例 2 と同様に、5 枚目に印刷された導体ペーストを焼成して得られた導体パターンの形状精度を評価した。その結果を表 6 および表 7 に示す。表 6 および表 7 中、「◎」は形状精度が極めて良好であることを示し、「◎ ~ ○」は形状精度がかなり良好であることを示し、「○」は形状精度が良好であることを示し、「△」は形状精度がやや良好であることを示す。また、表 6 および表 7 中、溶剤の種類として「BC」はブチルカルビトールを、「TPI」は 2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタンジオールモノイソブチレートを、「BCA」はブチルカルビトールアセテートを表している。

【 0 0 5 0 】

【 表 6 】

表 6

導体ペースト	試料8	試料14	試料15	試料16	試料17
Ag粉末の種類	Ag粉末1	Ag粉末1	Ag粉末1	Ag粉末1	Ag粉末1
溶剤の種類	BC	TPI	BCA	ターピネオール	メントール
ライン品質(L/S=50/50~70/70 μm)	◎	◎	◎	△	△

【 0 0 5 1 】

【 表 7 】

表 7

導体ペースト	試料18	試料19	試料20	試料21	試料22
Ag粉末の種類	Ag粉末2	Ag粉末2	Ag粉末2	Ag粉末2	Ag粉末2
溶剤の種類	BC	TPI	BCA	ターピネオール	メントール
ライン品質(L/S=50/50~70/70 μm)	◎~◎	○	◎~◎	△	△

【 0 0 5 2 】

表 6 および表 7 に示すように、沸点が 2 3 0 ℃以上の有機溶媒を用いた導体ペースト（試料 8, 1 4, 1 5 および試料 1 8 ~ 2 0）によると、より沸点の低い有機溶媒を用いた導体ペースト（試料 1 6, 1 7, 2 1 および 2 2）に比べて、さらに形状精度が改善された導体パターンを形成することができた。

【 0 0 5 3 】

< 実験例 7 >

導体ペーストの種類によって形状精度が異なる様子を示す。

試料 8 の導体ペーストを用い、スクリーン印刷法によってガラス基板上に L / S の目標値が $100\ \mu\text{m} / 100\ \mu\text{m}$ である導体パターンを印刷した。その印刷された導体ペーストを実験例 1 と同様にして乾燥させた。その乾燥膜の光学顕微鏡写真を図 3 に示す。また、市販品 1 の導体ペーストを同様に印刷・乾燥させて得られた乾燥膜の光学顕微鏡写真を図 4 に示す。

図 3 と図 4 との比較から判るように、試料 8 の導体ペーストから形成された乾燥膜は、市販品 1 の導体ペーストから形成された乾燥膜に比べて形状精度が良好である。このことは、具体的には、試料 8 の導体ペーストから形成された乾燥膜ではライン外縁の凹凸（うねり）がより少ないこと等から把握され得る。

【 0 0 5 4 】

10

また、試料 8 の導体ペーストを用い、スクリーン印刷法によってガラス基板上に L / S の目標値が $50\ \mu\text{m} / 50\ \mu\text{m}$ である導体パターンを印刷した。その印刷された導体ペーストを実験例 1 と同様にして乾燥・焼成した。得られた導体パターン（焼成膜）の光学顕微鏡写真を図 5 に示す。また、市販品 1 の導体ペーストを同様に印刷・乾燥・焼成して得られた導体パターンの光学顕微鏡写真を図 6 に示す。

図 5 と図 6 との比較から判るように、試料 8 の導体ペーストから形成された導体パターンは、市販品 1 の導体ペーストから形成された導体パターンに比べて形状精度が良好である。このことは、具体的には、試料 8 の導体ペーストから形成された導体パターンではライン外縁の凹凸（うねり）がより少ないこと等から把握され得る。また、試料 8 の導体ペーストによると、市販品 1 に比べてより緻密な焼成膜が形成されていることが判る。

20

【 0 0 5 5 】

以上、本発明の具体例を詳細に説明したが、これらは例示にすぎず、特許請求の範囲を限定するものではない。特許請求の範囲に記載の技術には、以上に例示した具体例を様々に変形、変更したものが含まれる。

また、本明細書または図面に説明した技術要素は、単独であるいは各種の組み合わせによって技術的有用性を発揮するものであり、出願時請求項記載の組み合わせに限定されるものではない。また、本明細書または図面に例示した技術は複数目的を同時に達成するものであり、そのうちの一つの目的を達成すること自体で技術的有用性を持つものである。

【図面の簡単な説明】

【図 1】実験例の導体ペーストに用いた A g 粉末 1 の粒度分布測定結果を示す特性図である。 30

【図 2】市販の導電ペーストに含まれる A g 粉末の粒度分布測定結果を示す特性図である。

【図 3】試料 8 の導体ペーストを用いて形成された乾燥膜の光学顕微鏡写真である。

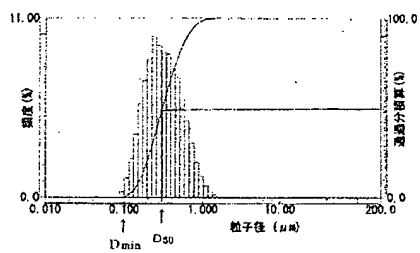
【図 4】市販品 1 の導体ペーストを用いて形成された乾燥膜の光学顕微鏡写真である。

【図 5】試料 8 の導体ペーストを用いて形成された導体パターンの光学顕微鏡写真である。

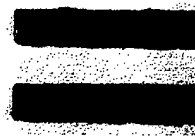
【図 6】市販品 1 の導体ペーストを用いて形成された導体パターンの光学顕微鏡写真である。

40

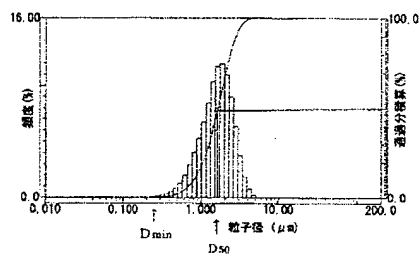
【 図 1 】



【 図 3 】



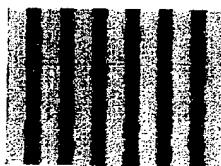
【 図 2 】



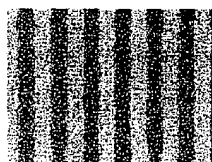
【 図 4 】



【 図 5 】



【 図 6 】



フロントページの続き

(72)発明者 阿部 規之

愛知県名古屋市中区則武新町三丁目 1 番 3 6 号 株式会社ノリタケカンパニーリミテド内

Fターム(参考) 5G301 DA02 DA42 DD01

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☒ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.